

## 粘性物質の連続反応装置

特 願 昭 37-18046  
出 願 日 昭 37.5.2  
発 明 者 鈴木昭三  
岩国市大字今津 849 の 1  
出 願 人 帝人株式会社  
大阪市北区梅田 1  
代 表 者 大屋啓三  
代 理 人 弁理士 保高春一 外 1 名

## 図面の簡単な説明

図面は本発明による装置の一例を示すもので、第1図は切断正面図、第2図は第1図のA-A線における切断側面図である。

## 発明の詳細な説明

本発明は一般に粘性物質で、反応の進行中に揮発性物質を揮発するものの連続反応装置に関するものである。かかる物質とはポリエーテルエステル等である。

従来ポリアルキレンテレフタレートの製造には専ら回分法が用いられて来たが、この結果は各バッチ毎に製品斑を生じて工業的に好ましい方法とは言えない。

また、現在数種の連続重縮合装置が提案されているが、いずれも構造が複雑なる上に、装置内に飛散付着したポリマーが熱によつて分解し、これが製品に混入して製品の品質低下を起し易いものであつて工業的に好ましくない。即ち、ポリアルキレンテレフタレートの重縮合物を連続的に製造するには、モノマーまたは低重合物を反応に適した温度および減圧下に保持された反応装置の一端から送入手、なるべく逆混合の起らないような状態で他端へ送り出すとともに、攪拌などの手段によつて反応液の表面を絶えず更新し、アルキレングリコールが揮発し易いようにすれば一応達し得られるが、装置内、特に上面および側面に飛散等によつて付着したポリマーが長時間そのまま滞留し易い構造のものは、上記ポリマーが熱伝達をも妨害するので長期連続運転中に熱分解し、製品に混入して製品の着色劣化等を生ずる原因となる。

本発明者はこれらの欠陥を除去すべく研究の結果、本発明に到達したものである。

即ち、本発明は加熱装置を有する実質的に水平に設置した外殻の内部を両端に軸を有し中間には軸を有せざる構造で前記外殻の長手方向の内面の大部分と小さな間隙で相対する攪拌翼と、該攪拌翼と一体に回転し得る中央

に開口を有する仕切板によつて、前記外殻の内部を長手方向に2個以上の区分に仕切つて攪拌混合するようにしたことを特徴とする粘性物質の連続反応装置である。

今本発明の実施の一例を図面によつて説明すると、1は反応装置の外殻であり、2は液注入口である。3は外殻内面に密接して設けられた攪拌翼であり、4は攪拌翼と一体に作られた円形仕切板にして、5、6は両端に設けられた軸である。攪拌翼3および仕切板4は外殻1と10mm以下、好ましくは2mm以下の小さな間隙を保持しつつ回転し得るようになされる。仕切板4に設ける開口は普通には同心円状で液注入口2より排出口7に近づく程その径を拡大することくになされるが、その他如何なる形状のものでもよく、多数の小孔を有するものでもよい。液注入口2は反応装置外殻の一方の端に上方、下方もしくは側方より開口して被処理液の供給口を形成し、液排出口7は液注入口2と反対の端の下方もしくは液の接触する部分に開口し、被処理液の取出口を形成する。蒸気出口8は反応装置外殻上方に開口し、発生蒸気の取出しおよび系内を減圧に保つ排気口を形成する。本装置は普通には軸を水平に設置されるが、水平に対してわずかに傾斜することくに設置することもできる。本装置の加熱は温度調節可能な公知の方法を適宜使用する。

今本装置を用いてポリアルキレンテレフタレートの連続重縮合を行うに当つては、反応すべきビス-W-ヒドロキシアルキルテレフタレートの重合物または、ビス-W-ヒドロキシアルキルテレフタレートと他の二塩基酸、またはその誘導体および異種のアルキレングリコールの共重縮合物および触媒、安定剤あるいは発消剤等を液注入口より連続的に注入する。攪拌翼および仕切板はモータによつて徐々に回転せられ、注入された液状反応物質は攪拌翼によつてかき上げられ、大部分は途中で膜状となつて落下するが、一部は攪拌翼に付着したまま回転するから外殻内面は絶えず新しい液で洗われることき状態となる。仕切板は外殻と密接して作られているから、仕切板と外殻との間隙から洩れて隣の区分に流れ込む液量は、比較的に少く、大部分は仕切板に設けられた開口から溢れて次の区分に流れ込み、順次これを繰返して液排出口の方へ送られる。反応装置内は良好なる反応温度に加熱され、所望の減圧状態に保たれている上、絶えず攪拌によつて新しい液膜が形成されるゆえ、アルキレングリコールの揮発は促進せられ、所望の重合度に達した後液排出口に到り、ここよりスクリーンプンプ等の適当なポンプにより減圧を破ることなく系外に排出され、冷却切断して粒状細片を得るかまたは直接口金より圧出され

て繊維もしくは線条被膜として成形せられる。発生したアルキレングリコールは排出口より凝縮器に導かれ、凝縮して取出される。かくして所望の繊維、線条、被膜形成能を有するポリアリキレンテレフタレートまたはそれを主体とする重縮合物が連続的に製造される。

本発明の装置によれば構造が簡単であり、操作が容易で安定した運転条件下で反応を遂行することができ、さらに攪拌によつて絶えず新しい液膜が形成せられるから反応が極めて短い滞在時間で遂行されるばかりでなく、外殻内面が絶えず新しい液で洗われるゆえ、熱の伝導が良好なること、長時間付着しないことおよび中間に軸を設けないゆえ、軸のまわりに団子状の塊が生じないこと、以上三点が相俟つて熱分解生成物の発生を完全に防止し、品質の良好な製品を長期間連続的に得ることができる。

次に本発明の実施例について説明する。

実施例中の百分率は全て重量で示す。極限粘度はオルソクロロフェノール溶媒中 35℃ の値を示す。

#### 実施例

テレフタル酸ジメチルエステル 100 %、エチレングリコール 64 %、酢酸亜鉛 0.03 %、および三酸化アンチモン 0.03 %、を連続エステル交換装置により連続的にエステル交換をせしめ、これを連続初期重合装置に流入

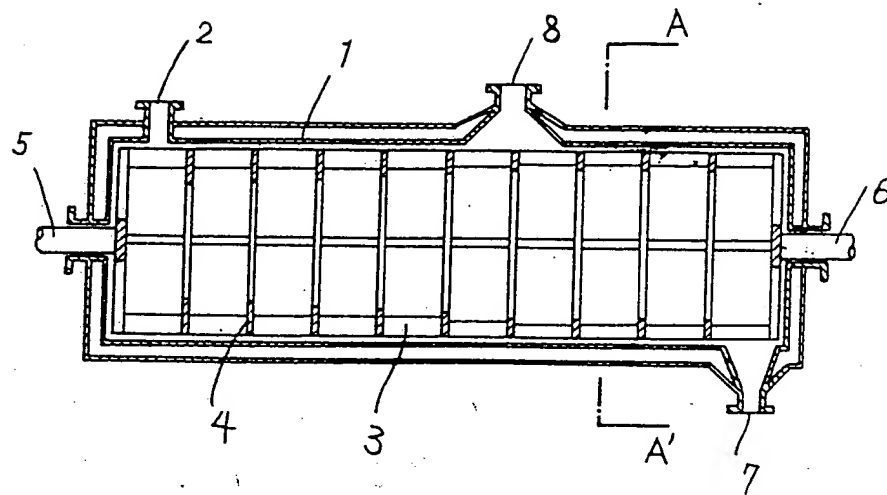
せしめ最上段を 200mmHg 最下段を 15mmHg 265℃ に保ち、初期重合せしめて極限粘度 0.22 の初期重合物を得た。これを内径 25cm、長さ 80cm の大きさを有する本発明の反応装置に 2.1kg/hr の流速で流入せしめた。反応器内部は平均温度 280℃、平均真空度 1.5mmHg に保持され、毎分 10 回転の速度で攪拌した。重合物はネジポンプによつて連続的に取出され、これは極限粘度 0.62 ~ 0.64、280℃ において、熔融粘度 29.00 poise を示した。1 週間の連続運転中肉眼で検知し得るような熱分解生成物の混入、または重合物の着色は認められなかった。

以上、本発明方法をポリエチレンテレフタレート製造について説明したが、本発明は反応の進行中に揮発性物質を揮発する粘性物質一般に適用されるものである。

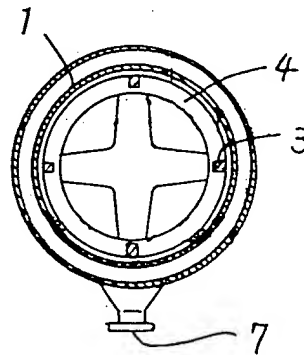
#### 特許請求の範囲

1 加熱装置を有する実質的に水平に設置した外殻の内部を両端に軸を有し中間には軸を有せざる構造で前記外殻の長手方向の内面の大部分と小さな間隙で相対する攪拌翼と該攪拌翼と一体に回転し得る中央に開口を有する仕切板によつて、前記外殻の内部を長手方向に 2 個以上の区分に仕切つて攪拌混合するようにしたことを特徴とする粘性物質の連続反応装置。

第 1 図



第 2 図



昭和 37 年特許願第 18046 号の明細書（特公昭 40 - 3964 号、昭 40. 3. 3 発行の特許公報 2 - 1424 号掲載）は異議申立による補正に基いてその公報を下記のとおり訂正する。—特許第 493567 号—

13 A 5  
(26 D 6)

## 記

1 第 1 頁右段第 12 ~ 14 行「拡大するごとくになされるが～有するものでもよい。」を「拡大するごとくする。」と補正する。

